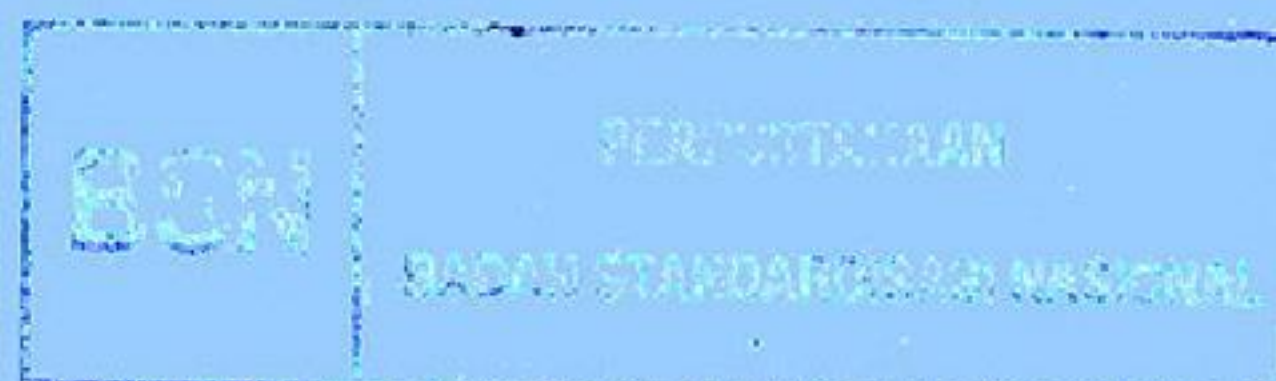
SNI

STANDAR NASIONAL INDONESIA

SNI 0621 - 1989 - A
SII - 0735 - 1983
UDC 677.017.3

CARA INDENTIFIKASI ZAT WARNA PADA SERAT SELULOSA

DEWAN STANDARDISASI NASIONAL - DSN

DAFTAR ISI

CARA IDENTIFIKASI ZAT WARNA PADA SERAT SELULOSA

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi klasifikasi dan cara uji identifikasi zat warna pada serat selulosa.
Jenis-jenis zat warna yang dapat diidentifikasi dalam standar cara uji ini adalah:

(1) Zat warna direk
(2) Zat warna asam
(3) Zat warna basa
(4) Zat warna direk dengan penyempurnaan iring resin
(5) Zat warna belerang
(6) Zat warna bejana
(7) Zat warna bejana-belerang
(8) Zat warna oksidasi
(9) Zat warna direk dengan kerja iring logam
(10) Zat warna direk dengan kerja iring formaldehida
(11) Zat warna naftoat
(12) Zat warna direk dengan pendiazoan dan pembangkitan
(13) Zat warna pigmen
(14) Zat warna reaktif.

2. KLASIFIKASI

Dalam cara identifikasi ini zat warna pada serat selulosa digolongkan menjadi empat golongan. Pengujian dilakukan berturut-turut dari zat warna golongan I sampai dengan zat warna golongan IV.

2.1 Zat warna golongan I adalah zat warna yang luntur dalam larutan amonia atau asam asetat encer mendidih. Yang termasuk golongan I adalah zat warna direk, asam, basa dan direk dengan kerja iring resin.

2.2 Zat warna golongan II adalah zat warna yang berubah warnanya karena reduksi dengan natrium hidrosulfit dalam suasana alkali, dan warna kembali ke warna asli oleh oksidasi dengan udara.
Yang termasuk golongan II adalah zat warna bejana, belerang, bejana belerang dan zat warna oksidasi.

2.3 Zat warna golongan III adalah zat warna yang rusak oleh reduksi dengan natrium hidrosulfit dalam suasana alkali dan larutan ekstraksinya dalam amonia dan asam asetat tidak dapat mencelup kembali kain kapas putih. Yang termasuk golongan III adalah zat warna direk dikerjakan iring dengan logam, direk dikerjakan iring dengan formaldehida, direk didiazokan dan dibangkitkan dan zat warna naftoat.

2.4 Zat warna golongan IV adalah zat warna yang tidak luntur dalam pelarut dimetilformamida 1 : 1 dan dimetilformamida 100%. Yang termasuk golongan IV adalah zat warna pigmen dan reaktif.

3. CARA UJI

3.1 Prinsip

Contoh uji dilunturkan warnanya dengan pereaksi tertentu dan larutan ekstraksinya diamati daya celupnya atau karakteristik khusus lainnya.

3.2 Bahan

(1) Kain kapas putih
(2) Kain wol
(3) Kain poliakrilat atau kapas dimordan tanin.

3.3 Pereaksi

(1) Air suling
(2) Amonia pekat
(3) Amonia 10%
(4) Asam asetat 30%
(5) Asam asetat glasial
(6) Asam klorida pekat
(7) Asam klorida 1%
(8) Asam nitrat pekat
(9) Asam sulfat pekat
(10) Asam sulfat 5%
(11) Alkohol
(12) Amonoium tiosianat
(13) Aseton Dinatrium dimetil glioksim 1%
(14) Dinatrium dimetil glioksin 1%
(15) Dimetil formamida 1 : 1
(16) Dimetil formamida 100%
(17) Deterjen
(18) Etil salisiliat
(19) Eter
(20) Enzima 2%
(21) Gliserol
(22) Kloroform
(23) Karbazolum 1%
(24) Natrium klorida teknis
(25) Natrium hidroksida 10%
(26) Natrium hidrosulfit
(27) Natrium karbonat
(28) Natrium sulfida
(29) Natrium hipoklorit dengan kadar klor aktip 2%
(30) Natrium dietil ditiokarbamat 1%
(31) Natrium nitrat
(32) Natrium sulfat
(33) Piridina
(34) Stano klorida
(35) Timbal asetat
(36) Seng bubuk
(37) Magnesium

3.4 Peralatan

(1) Mikroskop dengan perbesaran 100 — 500 kali
(2) Lampu ultra ungu
(3) Timbangan analitik
(4) Tabung reaksi
(5) Gelas ukur 50 ml
(6) Pipet 10 ml
(7) Penangas air
(8) Kertas saring
(9) Pembakar Bunsen
(10) Pengduk gelas
(11) Kaca obyek
(12) Kaca penutup
(13) Kerta pH
(14) Kertas kuning flavantron (yellow paper)
(15) Kui porselin.

3.5 Persiapan Contoh Uji

Sebelum Pengujian zat warna dilakukan, jenis serat perlu diketahui terlebih dahulu. Apabila belum diketahui dapat dilakukan identifikasi serat, sesuai dengan $\frac{\text{SNI 0264–1989–A}}{\text{SII 092–1975}}$, *Cara Uji Identifikasi Serat pada Bahan Teksil.*

3.6 Prosedur

3.6.1 Cara uji zat warna golongan I

Zat warna golongan I luntur dalam larutan amonia atau asetat encer mendidih.

3.6.1.1 Zat warna direk

1) Masukkan 100–300 mg contoh uji ke dalam tabung reaksi.
2) Tambahkan 5–10 ml air 0,5–1 ml amonia pekat
3) Didihkan larutan di atas sehingga sebagian besar zat warna terekstraksi
4) Ambil contoh uji dan masukkan kain kapas putih 20–30 mg dan natrium klorida 5–30 mg.
5) Didihkan selama 0,5–1,5 menit dan kemudian biarkan menjadi dingin
6) Ambil kain kapas tersebut, cuci dengan air dan amati terjadinya pewarnaan.
7) Pencelupan kembali kain kapas dalam larutan amonia dengan penambahan natrium klorida menghasilkan warna yang sama dengan warna asli menunjukkan adanya zat warna direk.

3.6.1.2 Zat warna asam

Apabila dalam uji zat warna direk terjadi pelunturan warna tetapi tidak mencakup kembali kain kapas atau hanya menodai dengan warna sangat muda, maka contoh uji dikerjakan pengujian untuk zat warna asam :

1) Netralkan larutan ekstraksi yang diperoleh dari larutan amonia dengan asam asetat
2) Tambahkan lagi 1 ml asam asetat 10%
3) Masukkan 10–30 mg wol putih
4) Didihkan selama 0,5 menit
5) Ambil wol putih tersebut, cuci dengan air dan amati terjadinya pewarnaan
6) Pencelupan kembali wol putih oleh larutan ekstraksi dalam suatu asam menunjukkan adanya zat warna asam.

3.6.1.3 Zat warna basa

Apabila dalam uji zat warna direk tidak terjadi pelunturan atau hanya luntur sedikit maka dilakukan pengujian untuk zat warna basa.

1) Masukkan 100—300 mg contoh uji ke dalam tabung reaksi
2) Tambahkan 0,5—1 ml asam asetat glasial
3) Panaskan dan tambahkan 3—5 ml air
4) Didihkan sampai terjadi ekstraksi
5) Ambil contoh uji dan masukkan serat poliakrilat atau kapas dimordan tanin.
6) Didihkan larutan selama 1—1,5 menit.
7) Pencelupan kembali serat poliakrilat atau kapas yang dimordan tanin dengan warna tua menunjukkan adanya zat warna basa.

Uji penentuan :

1) Tambahkan 5—7 ml larutan natrium hidroksida 10% ke dalam larutan ekstrasi yang panas
2) Dinginkan dan kemudian tambahkan 5 ml eter
3) Kocok larutan dan selanjutnya biarkan larutan air dan eter memisah.
4) Pindahkan lapisan eter ke dalam tabung reaksi yang lain.
5) Tambahkan 2—5 tetes asam asetat 10% dan kocok lagi dengan baik
6) Apabila pewarnaan kembali, lapisan larutan asam asetat sama dengan warna asli, menunjukkan adanya zat warna basa.

3.6.1.4 Zat warna direk dengan penyempurnaan resin

Jika contoh uji waktu pengujian untuk warna direk tidak luntur atau luntur sedikit dan pengujian untuk zat warna basa negatif, maka contoh uji dikerjakan untuk pengujian zat warna direk dengan kerja iring resin

1) Masukkan 100—300 mg contoh uji ke dalam tabung reaksi
2) Tambahkan ke dalamnya 10—15 ml larutan asam klorida 1% dan didihkan selama 1 menit
3) Buang larutan asam tersebut dan ulangi sekali lagi pengerjaan butir (2)
4) Bilas contoh uji
5) Kerjakan contoh uji tersebut dengan pengujian untuk zat warna direk
6) Jika serat kapas putih tercelup, menunjukkan adanya zat warna direk yang disempurnakan resin.

3.6.2 Cara uji zat warna golongan II

Cara uji dilakukan setelah cara uji identifikasi zat warna golongan I dilakukan. Zat warna golongan II berubah warnanya karena reduksi dengan natrium hidrosulfit dalam suasana basa dan warna akan kembali ke warna asli oleh oksidasi dengan udara.

3.6.2.1 Zat warna belerang

1) Masukkan contoh uji sebanyak 100—300 mg ke dalam tabung reaksi
2) Tambahkan 2—3 ml air, 1—2 mg natrium karbonat dan 200—300 mg natrium sulfida padat
3) Panaskan sampai mendidih selama 1—2 menit
4) Ambil contoh uji dan masukkan kain kapas putih 25—50 mg dan natrium klorida 10—20 mg.
5) Didihkan lagi selama 1—2 menit
6) Ambil kain kapas tersebut, letakkan di atas kertas saring dan biarkan kena udara

7) Kain kapas yang tercelup kembali dengan warna yang sama dengan warna contoh aslinya tetapi warna lebih muda menunjukkan adanya zat warna belerang.

Uji penentuan 1:

1) Didihkan contoh uji 100—150 mg dalam 10 ml larutan natrium hidroksida 10% dan kemudian cuci bersih
2) Masukkan contoh uji ke dalam tabung reaksi, tambahkan 2—3 ml asam klorida 16% ke dalamnya dan didihkan selama 0,5—1 menit
3) Biarkan larutan menjadi dingin kemudian tambahkan 3 mg bubuk seng atau serpihan magnesium atau larutan stano klorida
4) Letakkan kertas timbal asetat pada mulut tabung reaksi
5) Panaskan tabung reaksi dengan penangas air.
6) Timbulnya noda coklat tua atau hitam pada kertas timbal asetat menunjukkan adanya zat warna belerang.

Catatan :
Beberapa zat warna tiazolum mungkin memberikan reaksi positip.

Uji penentuan 2 :

1) Basahi contoh uji dengan larutan natrium hipoklorit 10%
2) Contoh uji yang hilang warnanya dalam waktu 5 menit menunjukkan adanya zat warna belerang.

3.6.2.2 Zat warna bejana

1) Masukkan contoh uji 100—300 mg ke dalam tabung reaksi
2) Tambahkan 2—3 ml air dan 0,5—1 ml larutan natrium hidroksida 10%
3) Panaskan sampai mendidih dan tambahkan 10—20 mg natrium hidrosulfit.
4) Didihkan lagi selama 1 menit
5) Ambil contoh uji dan masukkan 25—50 mg kain kapas putih dan 10—20 mg natrium klorida
6) Didihkan lagi selama 1—1,5 menit dan kemudian biarkan larutan menjadi dingin.
7) Ambil kain kapas tersebut dari tabung reaksi dan letakkan di atas kertas saring dan biarkan kena udara
8) Kain kapas yang tercelup kembali dengan warna yang sama dengan warna contoh asli tetapi ukuran warna lebih muda dan uji untuk zat warna belerang negatif, menunjukkan adanya zat warna bejana.

Uji penentuan :

1) Masukkan contoh uji ke dalam lelehan parafin dalam kui porselin
2) Apabila padatan parafin pada kertas saring berwarna, maka menunjukkan adanya zat warna bejana.

3.6.2.3 Warna bejana belerang (hydron)

1) Kerjakan contoh uji seperti pada 3.6.2.1 dan 3.6.2.2
2) Kain yang dicelup dengan zat warna bejana belerang akan mencelup kembali kain kapas pada uji 3.6.2.2 lebih tua dari pada uji 3.6.2.1

Uji penentuan I :

1) Kerjakan contoh uji seperti uji penentuan 1 pada 3.6.2.1
2) Kain yang dicelup dengan zat warna bejana belerang akan memberikan noda coklat atau hitam.

Uji penentuan 2 :

1) Masukkan contoh uji ke dalam tabung reaksi yang berisi piridin 100%
2) Panaskan
3) Ambil contoh uji dan amati larutan ekstraksinya
4) Apabila larutan berwarna maka menunjukkan adanya zat warna bejana-belerang.

3.6.2.4 Zat warna oksidasi

Semua zat warna jenis ini tidak akan mencelup kembali kain kapas putih dalam uji reduksi dengan reduktor natrium sulfida dan natrium karbonat atau natrium hidrosulfit dan natrium hidroksida.

Uji penentuan :

1) Masukkan 100—300 mg contoh uji ke dalam cawan porselin
2) Tuangkan 2—3 ml asam sulfat pekat dan aduk-aduk supaya zat warna terekstrasi.
3) Masukkan larutan ekstraksi ke dalam tabung reaksi yang telah berisi air 25—30 ml.
4) Saring dengan kertas saring dan bilas dengan air beberapa kali
5) Tetesi kertas saring dengan larutan natrium hidroksida 10%
6) Timbulnya noda merah pada kertas saring menunjukkan adanya zat warna oksidasi dengan oksidasi warna kembali ke warna asli.

3.6.3 Cara uji zat warna golongan III

Pengujian dilakukan setelah pengujian zat warna golongan I dan II. Zat warna golongan III rusak dalam larutan natrium hidro sulfit yang bersifat alkali, dan warna tidak akan kembali ke warna asli setelah dioksidasi.;

Uji pendahuluan :

1) Masukkan contoh uji sebanyak 100—300 mg ke dalam tabung reaksi
2) Tambahkan ke dalamnya 3—5 ml air, 1,5—3 ml natrium hidroksida 10% dan 20 — 40 mg natrium hidrosulfit
3) Panaskan larutan sampai mendidih dan biarkan mendidih selama 3 — 5 menit
4) Semua zat warna golongan III akan rusak yang ditandai dengan perubahan warna terhadap contoh uji atau larutan ekstraksinya menjadi putih, abu-abu, kuning atau jingga. Warna tidak kembali lagi ke warna asli dengan oksidasi.

3.6.3.1 Zat warna direk dengan kerja iring logam

Untuk menguji jenis logam dalam zat warna perlu dikerjakan reaksi khusus dengan cara mengabukan 0,5 g contoh uji dalam cawan porselen dan selanjutnya ditambahkan ke dalamnya 2 — 3 ml asam asetat 30%.

1) Uji logam tembaga, cara 1 :
   - Masukkan 0,5 ml larutan abu dalam asam asetat ke dalam tabung reaksi
   - Tambahkan 0,5 ml larutan amonimum tiosianat 10% dan beberapa tetes piridina
   - Terjadinya endapan kuning dari senyawa kompleks tembaga piridina tiosianat yang larut dalam kloroform, menunjukkan adanya logam tembaga.

2) Uji logam tembaga, cara 2 :

- Masukkan 0,5 ml larutan abu dalam asam asetat ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan beberapa tetes larutan natrium dietil ditio karbamat 1%.
- Terjadinya endapan warna coklat menunjukkan adanya logam tembaga.

3) Uji logam krom

- Campurkan satu bagian abu dari contoh uji dengan 4 – 5 bagian campuran natrium karbonat dengan kalium atau natrium nitrat dalam perbandingan yang sama.
- Lelehkan campuran tersebut
- Larutkan lelehan dalam 2,5 – 3 ml asam asetat 30%
- Tambahkan beberapa tetes larutan timbal asetat
- Terjadinya endapan kuning menunjukkan adanya logam krom.

4) Uji logam nikel :

- Masukan 0,5 ml larutan abu dalam asam asetat ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan amonia sampai larutan menjadi basa
- Teteskan larutan dinatrium dimetil glioksin 1%
- Terjadinya endapan merah menunjukkan adanya logam nikel.

5) Uji logam kobal, cara I :

- Masukkan 0,5 ml larutan abu dalam asam asetat ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan 0,5 ml larutan amonium tiosianat pekat.
- Terjadinya pewarnaan biru dari senyawa kobal tiosianat menunjukkan adanya logam kobal

6) Uji logam kobal, cara 2 :

- Masukkan 0,5 ml larutan abu dalam asam asetat ke dalam tabung reaksi
- Tambahkan 0,5 ml larutan amonioum tiosianat jenuh dalam pelarut aseton
- Terjadinya pewarnaan biru menunjukkan adanya logam kobal.

3.6.3.2 Zat warna direk dengan kerja iring formaldehida

Untuk menguji adanya senyawa formaldehida dalam contoh uji dilakukan percobaan sebagai berikut :

1) Panaskan sampai mendidih contoh uji dalam larutan asam sulfat 5%
2) Biarkan menjadi dingin dan ambil larutan ekstraksinya
3) Teteskan sedikit-demi sedikit larutan ekstraksi tersebut ke dalam larutan karbazolum 0,1 % dalam asam sulfat pekat
4) Terjadinya endapan biru menunjukkan adanya formaldehida.

3.6.3.3 Zat warna naftol

1) Tambahkan 1 – 2 ml piridina ke dalam 20 – 50 mg contoh uji dalam tabung reaksi, kemudian didihkan
2) Pewarnaan dalam piridina menunjukkan adanya zat warna naftol.

Uji penentuan :

1) Tambahkan 2 ml larutan natrium hidroksida 10% dan 5 ml alkohol dalam tabung reaksi yang telah berisi 100 — 200 mg contoh uji
2) Didihkan kemudian tambahkan 5 ml dan 40 — 50 mg natrium hidrosulfit
3) Didihkan lagi
4) Setelah warna tereduksi, dinginkan dan saring
5) Masukkan ke dalam filtrat 10 — 20 mg kapas putih dan 20 — 30 mg natrium klorida
6) Didihkan selama 2 menit
7) Setelah dingin ambil kapas putih tersebut
8) Apabila kapas berwarna kuning dan berpencar di bawah sinar ultra ungu, menunjukkan adanya naftol.

3.6.3.4 Zat warna direk dengan pendiazoan dan pembangkitan

Zat warna ini dapat ditentukan dengan tidak adanya zat warna lain dalam golongan III.

1) Reduksikan contoh uji dengan larutan natrium hidrosulfit dan natrium hidroksida. Contoh uji akan segera berubah warna
2) Didihkan contoh uji dalam piridina. Pelarut tidak diwarnai atau sedikit diwarnai atau dinodai
3) Jika terdapat penodaan ulangi pengujian ini sampai dua tiga kali pada contoh yang sama. Penodaan akan berkurang atau berhenti sama sekali.

3.6.4 Cara uji zat warna golongan IV

Zat warna golongan IV adalah zat warna yang sukar dilunturkan dalam berbagai pelarut seperti amonia, asam asetat dan piridina. Cara uji dilakukan setelah cara uji zat warna golongan I, II dan III memberikan hasil negatif.

3.6.4.1 Zat warna pigmen

Pewarnaan dengan pigmen pada serat selulosa dapat dilakukan dengan zat pengikat yang tersebar rata di seluruh bagian serat apabila pewarnaan tersebut dilakukan dalam larutan polimer saat pembuatan serat rayon.
Pengujian zat warna pigmen dilakukan sebagai berikut :

1) Masukkan seberkas serat dari contoh uji ke dalam tabung reaksi yang telah berisi 5 ml larutan dimetil formamida dalam air (1:1)
2) Didihkan selama 2 menit
3) Amati pewarnaan dalam larutan ekstraksinya
4) Ulangi pengerjaan pasal 1) sampai dengan pasal 3) dalam larutan dimetil formamida 100%
5) Pewarnaan muda dalam larutan dimetil formamida (1 : 1) dan pewarnaan tua dalam dimetil formamida 100 %, menunjukkan adanya zat warna pigmen.

Ujian penentuan :

1) Hilangkan kanji pada contoh uji dengan larutan enzima 2% dan diterjen 0,15% pada suhu 70°C selama 30 menit.
2) Hilangkan resin pada contoh uji dengan mengekstraksi dalam larutan asam klorida 1% pada suhu didih selama 5 menit selanjutnya dicuci.
3) Ambil seberkas serat dari contoh uji, buka puntirannya
   Letakkan di atas kaca obyek, basahi dengan setetes etil salisilat, tutup dengan kaca penutup.

4) Amati dengan mikroskop
   Bila terdapat partikel-partikel zat warna pada permukaan serat menunjukkan adanya zat warna pigmen dengan zat pengikat. Bila terdapat partikel berwarna di seluruh serat menunjukkan adanya zat warna pigmen dengan pencelupan larutan polimer.

3.6.4.2 Zat warna reaktif

1) Masukkan 300 mg contoh uji ke dalam tabung reaksi yang berisi 5 ml larutan dimetil formamida 1 : 1. Didihkan beberapa menit
2) Ulangi pengerjaan di atas dengan larutan dimetil formamida 100%. Didihkan beberapa menit
3) Amati warna ke dua larutan ekstraksinya. Jika larutan ekstraksi dimetil formamida 1 : 1 tidak terwarnai atau terwarnai sangat mudah dan larutan ekstraksi dimetil formamida 100 % tidak terwarnai menunjukkan adanya zat warna reaktif.

Uji penentuan 1 :

1) Masukkan 300 mg contoh uji ke dalam tabung reaksi yang telah berisi 3 ml larutan natrium hidroksida 5%.
2) Didihkan beberapa menit
3) Asamkan larutan ekstraksinya dengan asam sulfat
4) Masukkan serat wol putih dan didihkan
5) Pewarnaan pada serat wol menunjukkkan adanya zat warna reaktif

Uji penentuan 2 :

1) Masukkan 300 mg contoh uji ke dalam tabung reaksi yang berisi 3 ml larutan asam sulfat 0,2 % dan 6 mg natrium sulfat
2) Didihkan beberapa menit
3) Masukkan serat wol putih, dan didihkan
4) Pewarnaan pada serat wol menunjukkan adanya zat warna reaktif.

SKEMA PENGUJIAN IDENTIFIKASI ZAT WARNA PADA SERAT SELULOSA

Contoh Uji + Amonia/Asam Asetat Encer

Luntur = gol 1 positip

Lunturan dapat mencelup kapas = zat warna direk

↓

Lunturan dapat mencelup kapas tanin = zat warna basa

↓

Lunturan dapat mencelup serat wol = zat warna asam

↓

Lunturan negatif terhadap zat warna direk, basa dan asam, tetapi dapat mencelup kapas setelah penghilangan resin dengan HCl 1% = zat warna direk dengan penyempurnaan resin.

Golongan I negatif
Contoh uji tidak rusak dalam hidrosulfit suasana basa, jika teroksidasi oleh udara, warna akan kembali ke warna asli.
Golongan II positip, mungkin terdapat :

- zat warna belerang
- zat warna bejana
- zat warna bejana-belerang
- zat warna oksidasi

↓

Gol II negatip
Contoh uji rusak dalam natrium hidrosulfit suasana basa dan warna tidak kembali, jika teroksidasi oleh udara.
Golongan III positip mungkin terdapat :

- zat warna direk dengan kerja iring logam
- zat warna direk dengan kerja iring formaldehida
- zat warna direk dengan pendiazoan dan pembangkitan
- zat warna naptol

↓

Golongan III negatip
Contoh uji sukar larut dalam amonia, asetat dan piridina.
Golongan IV positip mungkin terdapat :

- zat warna pigmen
- zat warna reaktif